

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2002年1月3日 (03.01.2002)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 02/00970 A1

(51) 国際特許分類⁷: C30B 29/06, 15/04

(21) 国際出願番号: PCT/JP01/05361

(22) 国際出願日: 2001年6月22日 (22.06.2001)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願2000-192317 2000年6月27日 (27.06.2000) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 信越半
導体株式会社 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD.)
[JP/JP]; 〒100-0005 東京都千代田区丸の内1丁目4番2
号 Tokyo (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 飯田 誠 (IDA,

Makoto) [JP/JP]; 〒379-0196 群馬県安中市磯部2丁目
13番1号 信越半導体株式会社 半導体磯部研究所内
Gunma (JP). 山田好彦 (YAMADA, Yoshihiko) [JP/JP];
〒379-0196 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半
導体株式会社 磯部工場内 Gunma (JP).

(74) 代理人: 好宮幹夫 (YOSHIMIYA, Mikio); 〒111-0041
東京都台東区元浅草2丁目6番4号 上野三生ビル4F
Tokyo (JP).

(81) 指定国 (国内): JP, KR, US.

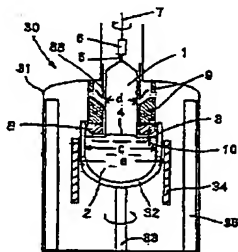
(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE,
DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR).

添付公開書類:
— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される
各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語
のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING SILICON SINGLE CRYSTAL

(54) 発明の名称: シリコン単結晶の製造方法



(57) Abstract: A method for producing a silicon single crystal by the CZ method, characterized in that an inner diameter (c) of a crucible (32) having a silicon raw material therein is 2 to 2.5 times an intended diameter (d) of the silicon single crystal (1) to be produced, and the silicon single crystal is pulled up in a manner wherein the minimum value of a ratio (V/Gs) in the direction of diameter of a velocity (V) of pulling up to a temperature gradient (Gs) in the interface between solid and liquid in the crystal is 0.3 mm²/K² min or more. The method allows the decrease of the temperature gradient (G1) in a melt, the increase of the maximum velocity of pulling up, and the suppression of occurrence of an OSF ring, by the use of the ordinary CZ method, with ease and simplicity, and at a low cost.

[続葉有]

WO 02/00970 A1



(57) 要約:

本発明は、CZ法によりシリコン単結晶を製造する方法において、原料シリコンを収容するルツボ(32)の内径(c)を、製造されるシリコン単結晶(1)の目標直径(d)に対して2~2.5倍とし、結晶径方向における引上げ速度Vと結晶固液界面温度勾配Gsの比V/Gsの最小値が $0.3\text{ mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ 以上となるようにして引上げるシリコン単結晶の製造方法に関する。これにより、通常のCZ法において、簡便かつ安価に融液の温度勾配G1を小さくし、最大引上げ速度を大きくするとともに、面内にOSFリングが発生することを確実に抑制することができるシリコン単結晶の製造方法が提供される。

明 細 書

シリコン単結晶の製造方法

5 技術分野

本発明はチョクラルスキー法（CZ法）によるシリコン単結晶の製造方法に関する。

背景技術

- 10 半導体デバイス技術の発展に伴い、チョクラルスキー法を用いたCZシリコン単結晶に対する品質要求は多岐にわたっている。また、低コストに対する要求も厳しいものがある。様々な品質要求を実現するためのCZシリコン単結晶製造方法における制御因子として、不純物濃度、結晶育成中の熱履歴等がある。これらの中でも引上げ
- 15 速度 V と結晶固液界面温度勾配 G_s の比 V/G_s というパラメータは、空孔と格子間シリコンの2種類の点欠陥を制御できるパラメータであって、グロウンイン（Grown-in）欠陥制御や酸素析出特性の制御因子として注目されている。

- V/G_s を用いた結晶品質の制御の代表的な例として、OSF
- 20 (Oxidation-induced Stacking Fault) リングの制御がある。OSFリングは、 V/G_s がある値になった際に、引上げ結晶の径方向断面においてリング状に観察される結晶欠陥である。そこで、OSFリングの発生を抑制するためには、 V/G_s を結晶径方向全面に於いてある値より大きくすれば
- 25 よい。通常のCZ結晶引上げ方法においては、 V/G_s を大きくしてOSFリングを回避するために、 G_s に対し引上げ速度を高速にして結晶を育成するようにしている。

しかし、ある引上げ速度を超えると結晶は変形を起こしてしまい、

2

形状の整った結晶の育成は困難になる。このような結晶の変形を発生させることなく引上げることのできる最大引上げ速度 V_{max} というのは、 G_s の含まれた関数で決定される。実際の操業においては、引上げ装置の炉内構造（ホットゾーン：HZ）の温度分布により G_s が決まり、その G_s によって最大引上げ速度が決まるので、
5 ここで決まった最大引上げ速度以下の引上げ速度で結晶の育成を行っている。

例えば O S F リングを発生させないようにするには、 V / G_s を結晶の径方向の全面で、ある値以上にする必要がある。通常、 G_s というのは結晶の径方向で周辺上がりの分布を持つのに対し、 V は
10 径方向において一定であるので、結晶の中心よりも周辺の方が V / G_s の値は小さくなる。しかし、変形しない最大引上げ速度というのは G_s の最小値、即ち、結晶の中心の G_s の値で決定される。そのため、 G_s の面内分布が大きい場合には、中心の G_s で決まる最
15 大引上げ速度では周辺の V / G_s 値を十分に大きくできないため、周辺で O S F リングの発生を抑制できない場合がある。

これを回避するには、まず、 G_s の面内分布を小さくする方法が考えられる。しかし、単に面内分布を小さくするだけでは結晶の中心の G_s を含めた G_s 値そのものが小さくなってしまいうため最大引
20 上げ速度が低くなり、結果として V / G_s の制御はできても、結晶育成コストが高くなるという問題があった。

別の方法として G_s に対する変形しない最大引上げ速度を増大させる方法が考えられる。これを達成するには、変形しない最大引上げ速度を決定するもう一つのパラメータである融液の界面直下の温度勾配 G_l を小さくすればよい。その具体的な方法としては、結晶
25 育成中に融液に対して磁場を印加する MCZ 法（M a g n e t i c - f i e l d - a p p l i e d C z o c h r a l s k i M e t h o d）により実現させることができる。しかし、MCZ 法の設備

投資というのは高額であり、また維持費も高額で全て結晶のコストを増大させていた。

発明の開示

5 そこで本発明は、このような問題点に鑑みてなされたもので、通常のCZ法において、簡単かつ安価で融液の温度勾配 G_1 を小さくし、最大引上げ速度を大きくするとともに、面内にOSFリングが発生することを確実に抑制することができるシリコン単結晶の製造方法を提供することを主たる目的とする。

10 上記課題を解決するために、本発明に係るシリコン単結晶の製造方法は、チョクラルスキー法によりシリコン単結晶を製造する方法において、原料シリコンを収容するルツボの内径を、製造されるシリコン単結晶の目標直径に対して2～2.5倍とし、結晶径方向における引上げ速度 V と結晶固液界面温度勾配 G_s の比 V/G_s の最小値が0.3 mm²/K・min以上となるようにして引上げること

15 を特徴としている。

このように、原料シリコンを収容するルツボとして、製造されるシリコン単結晶の目標直径に対し2～2.5倍の内径を有するルツボを用いることにより、 G_1 を小さくすることができ、 G_s に対するシリコン単結晶の変形が起らない最大引上げ速度 V_{max} を大きくすることができる。そして、引上げ結晶の径方向における面内の V/G_s の最小値が0.3 mm²/K・min以上となるようにして引上げれば、面内全体の V/G_s が高いレベルになるのでOSFリングの発生を確実に抑制することができ、高品質のシリコン単結晶

20 を高い生産性で製造することができる。

25 この場合、シリコン単結晶の製造方法において、窒素がドーブされたシリコン単結晶を引上げることができる。

このように、窒素がドーブされたシリコン単結晶を引上げる場合

に、 V/G_s を $0.3\text{ mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ 以上とすれば、この単結晶から作製されたシリコンウエーハを用いてエピタキシャルウエーハを作製した時に、例えば窒素濃度が 1×10^{14} 個/ cm^3 以下の比較的低窒素濃度であっても、エピ層欠陥の低減とバルク中の高BMD密度によるゲッタリング能力の向上という2つの効果を同時に達成することができる。

そして本発明に係る他のシリコン単結晶の製造方法は、チョクラルスキー法により窒素がドーブされたシリコン単結晶を製造する方法において、原料シリコンを収容するルツボとして、製造されるシリコン単結晶の目標直径に対し2～2.5倍の内径を有するルツボを用いて引上げることの特徴とするものである。

このように、窒素がドーブされたシリコン単結晶を製造する場合にも、原料シリコンを収容するルツボとして、製造されるシリコン単結晶の目標直径に対し2～2.5倍の内径を有するルツボを用いることにより、 G_1 を小さくすることができ、 G_s に対するシリコン単結晶の変形が起らない最大引上げ速度 V_{max} を大きくすることができ、効率よく結晶を製造することができる。

そしてこの場合、前記シリコン単結晶の製造方法において、結晶直径に対するヒーターの内径を2.5～3倍にすることが望ましい。

このように、本発明において、ルツボの周囲に設置されるヒーターの内径は、結晶直径に対し2.5～3倍であることが望ましい。なぜなら、結晶直径の3倍を超えるような余りにも大きいヒーター直径では、ルツボ内の融液の対流分布が大きく変化し、 G_s に対する引上げ速度がさほど速くならない場合があるからである。

またこの場合、シリコン単結晶の製造方法において、結晶の回転数を5～25rpmとすることが好ましい。

これは、25rpmを超えるようなあまりにも速い結晶回転速度では、その影響により結晶が変形してしまうし、逆に結晶が5rpm

m未満或いは全く回転していないと、結晶周囲の温度分布の均一性が低下するため、結晶は変形を起こし易くなるからである。

さらにこの場合、前記シリコン単結晶の製造方法において、ルツボの回転数を0.1～20rpmとすることが好ましい。

- 5 これは、ルツボが全く回転しないのでは、融液が攪拌されない所以对流の様子が変化してしまう。また、ルツボの回転が20rpmを超えるような速さになると、融液表面が振動し、結晶の変形や乱れを引き起こす場合があるからである。

- 10 さらに本発明によれば、前記製造方法により製造されたOSFリングの発生が抑制された高品質シリコン単結晶が提供される。

以上詳細に説明したように、本発明によれば、引上げ単結晶が変形しない最大引上げ速度をより一層向上させることができ、OSFリングの発生を回避した高品質のシリコン単結晶をより低コストで育成することができる製造方法を提供することができる。

15

図面の簡単な説明

図1は、石英ルツボの内径cと引上げ単結晶の直径dとの比 c/d 別にみた、結晶固液界面温度勾配 G_s と結晶が変形しない最大引上げ速度 V_{max} との関係を示した図である。

- 20 図2は、実施例1、比較例1における引上げ中の結晶径方向の固液界面温度勾配 G_s の面内分布を示した結果図である。

図3は、実施例1、比較例1における結晶径方向の最大引上げ速度 V_{max} と結晶固液界面温度勾配 G_s の比 V_{max}/G_s の面内分布を示した結果図である。

- 25 図4は、 c/d と V_{max}/G_s との関係を定性的に示した模式図である。

図5は、本発明で使用したCZ法による単結晶引上げ装置の概略説明図である。

発明を実施するための最良の形態

以下、本発明についてさらに詳細に説明する。

本発明者らは、MCZ法のような高額投資や維持費を必要としない通常のCZ法において、融液の温度勾配 G_1 を小さくして G_s に対する最大引上げ速度を大きくする方法に関し鋭意調査を行った。融液の温度勾配を決定すると思われる要因は炉内の温度分布および融液の対流であると考えられる。そこで、これらに有効と思われるパラメータを様々に変化させて実験を行ったところ、結晶の直径とルツボの内径の比が、融液の温度勾配 G_1 に大きな影響を与えていることを発見し、本発明に想到した。

一般に、チョクラルスキー法において、ルツボの内径は結晶の直径の3倍程度であるのが普通で、3倍則と呼ばれることもある。すなわち、直径8インチ（約200mm）のウエーハ用の結晶を引上げる場合には、22インチ（約550mm）または24インチ（約600mm）の石英ルツボが使用されるのが通常である。

図1は、内径 c が22インチの石英ルツボを用いて、直径 d が約8インチの結晶を引上げた場合（磁場印加なし、 $c/d = 2.75$ ）と内径24インチの石英ルツボを用いた場合（磁場印加あり、 $c/d = 3.0$ ）において、総合伝熱解析ソフトFEMAG（F. Dupret, P. Nicodeme, Y. Ryckmans, P. Wouters, and M. J. Crochet, Int. J. Heat Mass Transfer, 33, 1849 (1990))を用いて G_s を算出し、実験的に結晶が変形しない最大引上げ速度 V_{max} を求め、その関係をプロットした結果を示している。

一方、直径約8インチ結晶の育成において通常用いられる22インチや24インチのルツボに代えて、18インチ（約450mm）のルツボを使用して結晶の育成（磁場印加なし、 $c/d = 2.2$ ）

5) を行ってみた。すると、FEMAGの解析結果ではこのHZにおける結晶中心のGsは2.35 K/mmしかなかったので、図1における磁場印加なしの図から見積もると、 $G_s = 2.35 \text{ K/mm}$ に対する変形しない最大引上げ速度 V_{max} は0.7 mm/min程度であるはずであった。ところが、実験的に得られた最大引上げ速度は約1.1 mm/min (黒三角) であった。すなわち、磁場印加なしにもかかわらず、3倍則に従った通常内径のルツボを用いて磁場を印加して引上げた際の最大引上げ速度に匹敵するレベルまで、Gsに対する V_{max} が増大していることが確認できた。

10 この方法によれば、中心位置で $V_{max}/G_s = 0.47 \text{ mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ と高い値になっており、結晶の周辺に於いても $V_{max}/G_s = 0.32 \text{ mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ で、OSFリングの発生を確実に抑制できることが分かった。

従来の大きなルツボを使用した方法 (磁場印加なし) では中心で
15 $V_{max}/G_s = 0.35 \text{ mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ 、周辺で0.2 mm²/K・min程度であったが、本発明によりMCZ法に比較して開発・操業コストの安い通常のCZ法であっても、中心で $V_{max}/G_s = 0.47 \text{ mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ 、周辺で0.32 mm²/K・min程度で育成することが可能になった。これにより、磁場
20 を印加するのに必要な高価な設備を設置することなく、安いコストで結晶径方向全面で高 V/G_s を達成することが可能となることがわかった。

ルツボの内径を通常よりも小さいものを用いることにより、変形しない最大引上げ速度が向上した理由については明確ではないが、
25 本来、変形しない最大引上げ速度 V_{max} は、結晶の温度勾配Gsと融液の温度勾配Glとの差に比例することが知られている (F. Shimura: Semiconductor Silicon Crystal Technology p. 138, Academic

mic Press)。

従って、融液の温度勾配 G_1 が小さくなれば結晶の温度勾配 G_s に対する最大引上げ速度は大きくなるので、ルツボの内径を通常よりも小さいものを用いることにより、融液の温度勾配が小さくなったと推論される。

そしてこの場合、結晶直径に対するヒーターの内径を 2.5 ~ 3 倍にすることが望ましい。これは、結晶直径の 3 倍を超えるような余りにも大きいヒーター直径では、ルツボ径を小さくしても、ルツボ内の融液の対流分布が大きく変化し、 G_s に対する引上げ速度がさほど速くならない場合があるからである。

またこの場合、結晶の回転数を 5 ~ 25 rpm とすることが好ましい。

これは、25 rpm を超えるような速い結晶回転速度では、その影響により融液面を泡立たせ、結晶が変形したり乱れてしまうし、逆に結晶が 5 rpm 未満或いは全く回転していないと、結晶周囲の温度分布の均一性が低下するため、結晶は変形を起こし易くなるからである。

さらにこの場合、ルツボの回転数を 0.1 ~ 20 rpm とすることが好ましい。ルツボが全く回転しないのでは、融液が攪拌されない所以对流の様子が変わってしまう。また、ルツボの回転が 20 rpm を超えるような速さになると、融液面の振動が発生し、結晶の変形や乱れを引き起こす場合があるからである。

以下、本発明を、図面を参照しながらさらに説明する。

まず、本発明において使用する CZ 法単結晶引上げ装置の構成例を図 5 を用いて説明する。図 5 に示すように、この単結晶引上げ装置 30 は、引上げ室 31 と、引上げ室 31 中に設けられたルツボ 32 と、ルツボ 32 の周囲に配置されたヒータ 34 と、ルツボ 32 を回転させるルツボ保持軸 33 およびその回転機構（図示せず）と、

シリコンの種結晶 5 を保持するシードチャック 6 と、シードチャック 6 を引上げるワイヤ 7 と、ワイヤ 7 を回転又は巻き取る巻取機構（図示せず）を備えて構成されている。ルツボ 3 2 は、その内側のシリコン融液 2 を収容する側には石英ルツボが設けられ、その外側には黒鉛ルツボが設けられている。また、ヒータ 3 4 の外側周囲には断熱材 3 5 が配置されている。

また、結晶中の温度勾配 G_s をできるだけフラットにするために、結晶の固液界面の外周に環状の固液界面断熱材 8 を設け、その上に上部囲繞断熱材 9 が配置されている。この固液界面断熱材 8 は、その下端とシリコン融液 2 の湯面との間に 3 ~ 5 cm の隙間 1 0 を設けて設置されている。上部囲繞断熱材 9 は条件によっては使用しないこともある。さらに、冷却ガスを吹き付けたり、輻射熱を遮って単結晶を冷却する筒状の冷却装置 3 6 を設けてもよい。

次に、上記図 5 の単結晶引上げ装置 3 0 による単結晶育成方法について説明する。まず、ルツボ 3 2 内でシリコンの高純度多結晶原料を融点（約 1 4 2 0 °C）以上に加熱して融解する。次に、ワイヤ 7 を巻き出すことにより融液 2 の表面略中心部に種結晶 5 の先端を接触又は浸漬させる。その後、ルツボ保持軸 3 3 を適宜の方向に回転させるとともに、ワイヤ 7 を回転させながら巻き取り種結晶 5 を引上げることにより、単結晶育成が開始される。以後、引上げ速度と温度を適切に調節することにより略円柱形状の単結晶棒 1 を得ることができる。

そして本発明では、原料が収容されるルツボの内径 c と引上げ結晶の直径 d との比 c/d が 2.0 ~ 2.5 となるように設定する必要がある。

さらにこの c/d 比の設定に伴い、結晶直径 d に対するヒータの内径 e を 2.5 ~ 3 倍にすることが好ましい。

図 4 は c/d と V_{max}/G_s との関係を定性的に示したもので

ある。 c/d が1以下の場合は物理的に結晶引上げが不可能であり、
1～1.6の範囲では、ルツボの内壁からも結晶成長が発生してしま
い、それが遊離して引上げ結晶の有転位化を引き起こす等の問題
が発生し、引上げが極めて困難になるため適当ではない。また1.
5 6～2.0の範囲においては、単結晶成長が不可能ではないが連続
操業の安定性に欠けるため、低コストが要求される現実の量産体制
には向かない。一方 c/d が2.5を超える場合は V_{max}/G_s
の低下による結晶周辺部でのOSFリングの発生が懸念されるばかり
でなく、エピタキシャルウエーハ用の窒素ドープシリコンウエー
10 ハに要求される $V/G_s \geq 0.3 \text{ mm}^2 / \text{K} \cdot \text{min}$ をウエーハ全
面で満たすことが困難になる。

引上げ結晶の直径が6、8、12インチ(150、200、300
mm)の場合の具体的なルツボの内径としては、それぞれ12～
15インチ(300～375mm)、16～20インチ(400～
15 500mm)、24～30インチ(600～750mm)の範囲の
ものを用いればよい。これにより、引上げ結晶の直径の2.5倍を
超える内径を有するルツボを用いて磁場印加せずに引上げる従来の
引上げ方法では満たすことが難しかったウエーハ全面で V/G_s が
0.3 $\text{mm}^2 / \text{K} \cdot \text{min}$ 以上となる引上げ条件を極めて容易に達
20 成することができる。

また、単に引上げ結晶の直径の2.5倍以下の内径を有するルツ
ボを用いるだけでは結晶の周辺部において V/G_s が不十分となる
場合には、HZを構成する断熱材を取り外す等の簡単な改良により、
さらに V_{max} を大きくすることができ、結果として V/G_s を向
25 上させることができることがFEMAG(前出)を用いた熱解析シ
ミュレーションにより確認できた。

なお、上記のように V/G_s 値は、0.3 $\text{mm}^2 / \text{K} \cdot \text{min}$ より
大きいほどよいが、あまり大きくすると結晶が変形するので、通

常は $0.55 \text{ mm}^2 / \text{K} \cdot \text{min}$ 程度が限界である。

以下、本発明の実施例と比較例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明は、これらに限定されるものではない。

5 (実施例1、比較例1)

2種類の単結晶引上げ装置を用いて、それぞれ表1の条件により、直径8インチ(200mm)、p型、結晶方位 $\langle 100 \rangle$ である窒素がドーブされたシリコン単結晶を引上げた。窒素のドーブは、原料中に窒化膜付きシリコンウエーハを所定量投入することにより行い、引上げ結晶の肩の部分の窒素濃度が計算上、 $2 \times 10^{18} / \text{cm}^3$ となるように設定した。

引上げ中の結晶径方向のGsの面内分布をFEMAGにより算出し図2に示した。また、 V_{max} / G_s の面内分布を図3に示した。 V_{max} は実施例1が約 $1.05 \text{ mm} / \text{min}$ 、比較例1が約 $1.1 \text{ mm} / \text{min}$ であり、 V_{max} 自体は実施例1の方が若干小さかったが、図3および表1から明らかなようにGsに対する V_{max} 、すなわち、 V_{max} / G_s は実施例1の方が圧倒的に大きく、実施例1の場合のみ径方向全体にわたり、 $V_{\text{max}} / G_s \geq 0.3 \text{ mm}^2 / \text{K} \cdot \text{min}$ を満たしていることがわかった。

20 また、実施例1及び比較例1でそれぞれ成長した結晶から結晶軸方向に垂直に厚さ2mm程度のスラブを切り出し、フッ硝酸系の混酸で表面の歪みを除去した。次いで、 1150°C で100分間ウエット酸素雰囲気中で酸化熱処理を行って選択エッチングした試料でOSFリングの発生の有無を確認した。その結果、実施例1の結晶ではOSFリングの発生は無かったが、比較例1の結晶の周辺部ではOSFリングの発生が認められた。

(実施例2)

実施例 1 と同一の引上装置を用い、H Z の一部の断熱材を除去した構造で実施例 1 と同一の引上げ条件で 8 インチの窒素ドーブ単結晶を引上げた。

その結果、 V_{max} は 1.33 mm/min が得られ、周辺 10 mm 付近の V_{max} / G_s は $0.350 \text{ mm}^2 / \text{K} \cdot \text{min}$ であり、さらなる V_{max} / G_s の向上が確認できた。引上げ条件と結果を表 1 に併記した。

また、実施例 2 の結晶についても、実施例 1 と同様に O S F リングの発生の有無を確認したところ、O S F リングの発生は認められなかった。

表 1

項目 例No.	引上げ条件					引上げ結果				
	ルツボ 内径φ (インチ)	結晶径 との比	ヒータ 内径 (インチ)	ルツボ 回転数 (rpm)	結晶 回転数 (rpm)	Vmax (mm/min)	結晶中心 部のGs (K/min)	結晶中心部の Vmax/Gs (mm ² /K・min)	周辺 10mm 付近のGs (K/min)	周辺 10mm 付近 の Vmax/Gs (mm ² /K・min)
実施例 1	1 8	2.25	21.5	8	20	1.05	2.38	0.441	3.07	0.842
実施例 2	1 8	2.25	21.5	8	20	1.33	2.75	0.484	3.80	0.350
比較例 1	2 2	2.75	25.8	8	18	1.10	3.20	0.343	4.30	0.256

[註] 結晶直径：8 インチ

(実施例 3、比較例 2)

2 種類の単結晶引上げ装置を用いて、それぞれ表 2 の条件により、直径 6 インチ (150 mm)、p 型、結晶方位 $\langle 100 \rangle$ であるシリコン単結晶 (窒素ドープなし) を引上げた。得られた V_{max} 、
5 結晶中心部および周辺 10 mm 付近の G_s 、 V_{max} / G_s を表 2 に併記した。

また、実施例 3 及び比較例 2 の結晶についても、実施例 1 と同様に OSF リングの発生の有無を確認した。その結果、実施例 3 の結晶では OSF リングの発生は無かったが、比較例 2 の結晶の周辺部
10 では OSF リングの発生が認められた。

表 2

項目 例No.	引上げ条件					引上げ結果				
	ルツボ 内径 c (インチ)	結晶径 との比	ヒータ 内径 (インチ)	ルツボ 回転数 (rpm)	結晶 回転数 (rpm)	Vmax (mm/min)	結晶中心 部の Gs (K/min)	結晶中心部の Vmax/Gs (mm ² /K・min)	周辺 10mm 付近の Gs (K/min)	周辺 10mm 付近 の Vmax/Gs (mm ² /K・min)
実施例 3	1 5	2.50	18	10	20	1.02	2.5	0.408	3.19	0.320
比較例 2	1 8	3.00	21.5	8	20	1.00	2.9	0.345	3.70	0.270

[註] 結晶直径：6 インチ

なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

- 5 本発明は磁場を印加した引上げ法に適用することを禁じる趣旨ではなく、いわゆるMCZ法に適用してもよい。本発明を磁場を印加して結晶を引上げるMCZ法に適用した場合、上記のような磁場を印加しない通常のCZ法引上げ法に適用した場合に比べればGsに対する V_{max} の向上効果は少ないが、ある程度の改善効果は期待
- 10 できる。

請 求 の 範 囲

1. チョクラルスキー法によりシリコン単結晶を製造する方法において、原料シリコンを収容するルツボの内径を、製造されるシリコン単結晶の目標直径に対して2～2.5倍とし、結晶径方向における引上げ速度 V と結晶固液界面温度勾配 G_s の比 V/G_s の最小値が $0.3 \text{ mm}^2 / \text{K} \cdot \text{min}$ 以上となるようにして引上げること
- 5 特徴とするシリコン単結晶の製造方法。
- 10 2. 前記シリコン単結晶の製造方法において、窒素がドーブされたシリコン単結晶を引上げること
- 特徴とする請求項1に記載されたシリコン単結晶の製造方法。
- 15 3. チョクラルスキー法により窒素がドーブされたシリコン単結晶を製造する方法において、原料シリコンを収容するルツボとして、製造されるシリコン単結晶の目標直径に対し2～2.5倍の内径を有するルツボを用いて引上げること
- 特徴とするシリコン単結晶の製造方法。
- 20 4. 前記シリコン単結晶の製造方法において、結晶直径に対するヒーターの内径を2.5～3倍にすることを特徴とする請求項1ないし請求項3のいずれか1項に記載したシリコン単結晶の製造方法。
- 25 5. 前記シリコン単結晶の製造方法において、結晶の回転数を5～25 rpmとすることを特徴とする請求項1ないし請求項4のいずれか1項に記載したシリコン単結晶の製造方法。
6. 前記シリコン単結晶の製造方法において、ルツボの回転数を0.

1 ~ 2 0 r p m とすることを特徴とする請求項 1 ないし請求項 5 のいずれか 1 項に記載したシリコン単結晶の製造方法。

7. 請求項 1 ないし請求項 6 のいずれか 1 項に記載された製造方法
5 により製造されたことを特徴とするシリコン単結晶。

1 / 3

図 1

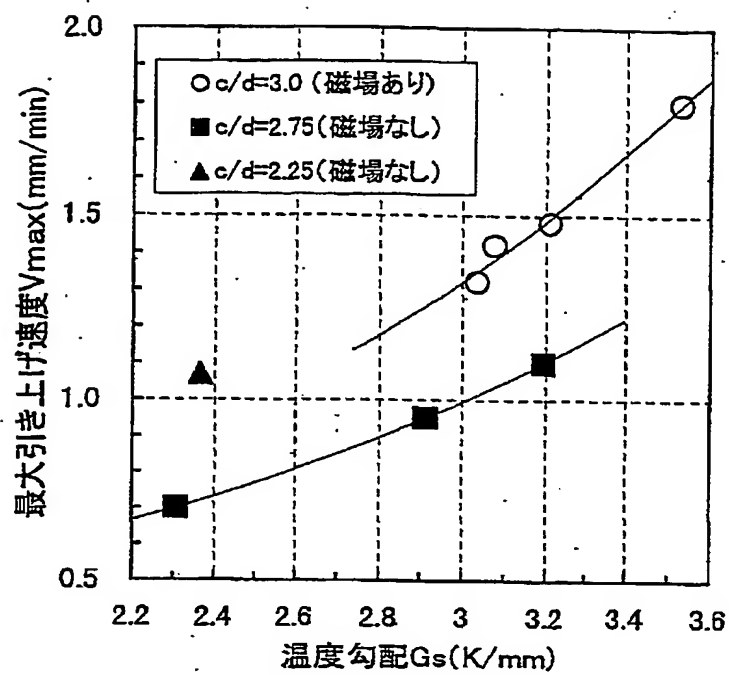
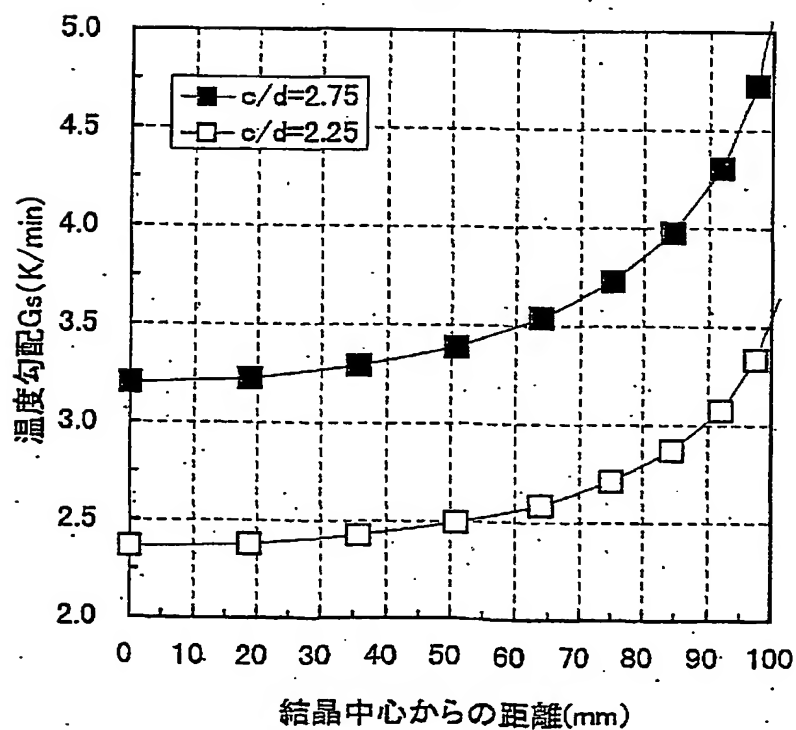


図 2



2 / 3

図 3

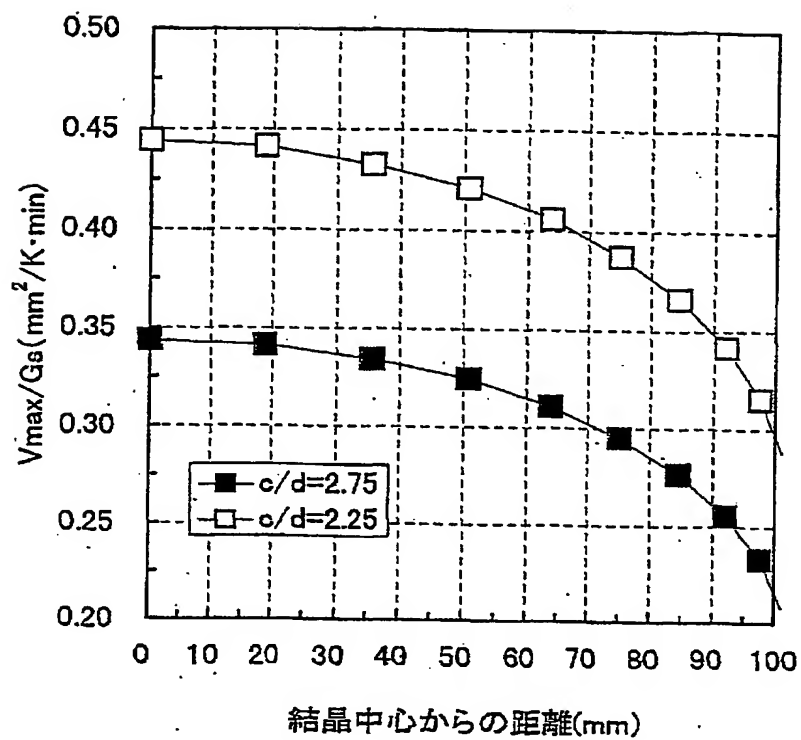
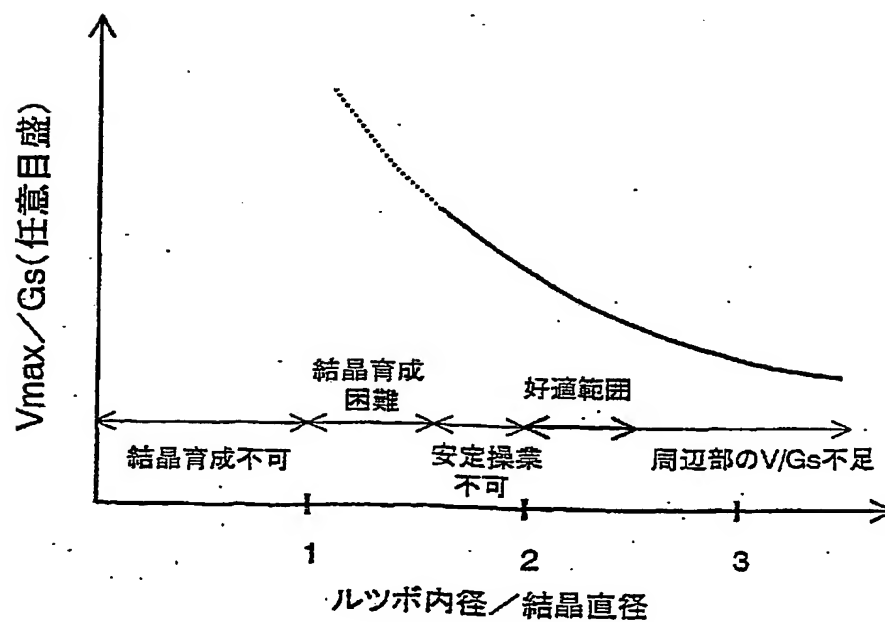
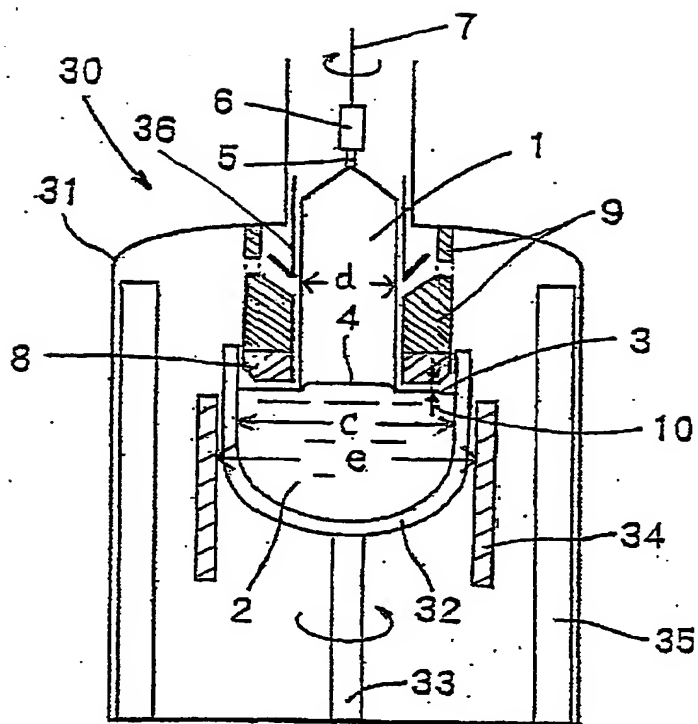


図 4



3 / 3

図 5



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/05361

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl.⁷ C30B29/06, 15/04

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.⁷ C30B1/00-35/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1926-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2001
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2001	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2001

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	WO 99/57344 A1 (Nippon Steel Corporation), 11 November, 1999 (11.11.99), page 32, lines 8 to 13 & JP 2000-26196 A	7 1-6
PX A	JP 2000-277527 A (Mitsubishi Materials Silicon Corp.), 06 October, 2000 (06.10.00), Claim 6 (Family: none)	7 1-6
PX A	JP 2000-211995 A (Shin Etsu Handotai Co., Ltd.), 02 August, 2000 (02.08.00), column 11, lines 4 to 20 & EP 942078 A1 & US 6191009 A	3, 7 1, 2, 4-6
A	JP 2000-351690 A (Nippon Steel Corporation), 19 December, 2000 (19.12.00), Par. No. [0053] (Family: none)	1-7
A	JP 10-310485 A (Sumitomo Sitix Corporation), 24 November, 1998 (24.11.98), Claim 1 & WO 98/49378 A1	1-7

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. : ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
 "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
 "E" earlier document but published on or after the international filing date
 "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
 "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
 "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
 "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
 "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
 "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
21 August, 2001 (21.08.01)Date of mailing of the international search report
04 September, 2001 (04.09.01)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

国際調査報告

国際出願番号 PCT/JPO1/05361

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))
Int. Cl. C30B29/06, 15/04

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))
Int. Cl. C30B1/00-35/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの
日本国実用新案公報 1926-1996年
日本国公開実用新案公報 1971-2001年
日本国登録実用新案公報 1994-2001年
日本国実用新案登録公報 1996-2001年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X A	WO 99/57344 A1(新日本製鐵株式会社) 11.11月.1999(11.11.99), 第32頁第8-13行 & JP 2000-26196 A	7 1-6
PX A	JP 2000-277527 A(三菱マテリアルシリコン株式会社) 6.10月.2000 (06.10.00), 請求項6 (ファミリーなし)	7 1-6
PX A	JP 2000-211995 A(信越半導体株式会社) 2.8月.2000(02.08.00), 第11欄第4-20行 & EP 942078 A1 & US 6191009 A	3,7 1,2,4-6

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

21.08.01

国際調査報告の発送日

04.09.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

五十 樓 毅



4G 9440

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

C (続き). 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 2000-351690 A(新日本製鐵株式会社) 19.12月.2000(19.12.00), 【0053】(ファミリーなし)	1-7
A	JP 10-310485 A(住友シチックス株式会社) 24.11月.1998 (24.11.98), 請求項1 & WO 98/49378 A1	1-7